

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-145921

(43)Date of publication of application : 27.05.1994

(51)Int.Cl. C22F 1/04
B21J 5/00
B22F 3/02
C22C 21/00

(21)Application number : 04-293229

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 30.10.1992

(72)Inventor : KONDO KATSUYOSHI
TAKEDA YOSHINOBU

(54) PRODUCTION OF HIGH HEAT RESISTING STRENGTH ALUMINUM ALLOY**(57)Abstract:**

PURPOSE: To efficiently and economically produce a high heat resisting strength aluminum alloy, at the time of subjecting rapidly solidified aluminum powder to compacting by a hot forging method, by optimizing the heat history in the compacting stage.

CONSTITUTION: Rapidly solidified aluminum alloy powder contg., by weight, 4 to 12% iron, and the balance inevitable impurities is prepd. The rapidly solidified aluminum alloy powder is preliminarily formed at the ordinary temp. or to $\leq 300^{\circ}$ C to obtain a green compact. The temp. of the green compact is raised to a forging temp. of 450 to 540 $^{\circ}$ C. The green compact is forged in a state in which it is held at the forging temp. for 6 to 20min so that, as intermetallic compounds, Al₃Fe which is a stable phase and Al₃Fe₄ and Al₆Fe which are metastable phases can be formed and the metastable phases and stable phase can be present in a ratio of (5:5) to (8:2) in the comparison of the diffraction X-ray intensity in an X-ray diffraction method.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.05.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3368600

[Date of registration] 15.11.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-145921

(43)公開日 平成6年(1994)5月27日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 F 1/04	C			
B 2 1 J 5/00	C	6778-4E		
B 2 2 F 3/02	1 0 1 B			
C 2 2 C 21/00	M			

審査請求 未請求 請求項の数5(全 6 頁)

(21)出願番号	特願平4-293229	(71)出願人	000002130 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
(22)出願日	平成4年(1992)10月30日	(72)発明者	近藤 勝義 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友 電気工業株式会社伊丹製作所内
		(72)発明者	武田 義信 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友 電気工業株式会社伊丹製作所内
		(74)代理人	弁理士 深見 久郎 (外3名)

(54)【発明の名称】 高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法

(57)【要約】

【目的】 急冷凝固アルミニウム粉末を熱間鍛造法により成形固化する際、その固化工程での熱履歴を最適化することで高耐熱強度アルミニウム合金を効率よく、かつ経済的に製造する。

【構成】 鉄を4重量%以上12重量%以下含有し、残部が不可避免の不純物である急冷凝固アルミニウム合金粉末を準備する。急冷凝固アルミニウム合金粉末を常温以上300℃以下の温度で予備成形することにより粉末成形体を得る。粉末成形体を450℃以上540℃以下の鍛造温度に昇温する。金属間化合物として安定相であるAl₃Feと、準安定相であるAl₁₃Fe₄およびAl₆Feとが形成され、かつX線回折法における回折X線強度の比較において準安定相と安定相とが5:5~8:2の割合で存在するように鍛造温度で6分以上20分以下の間、保持した状態で粉末成形体を鍛造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 鉄を4重量%以上12重量%以下含有し、残部が不可避免の不純物である急凝固アルミニウム合金粉末を準備する工程と、

前記急凝固アルミニウム合金粉末を常温以上300℃以下の温度で予備成形することにより粉末成形体を得る工程と、

前記粉末成形体を450℃以上540℃以下の鍛造温度に昇温する工程と、

金属間化合物として安定相であるAl₃Feと、準安定相であるAl₁₃Fe₄およびAl₆Feとが形成され、かつX線回折法における回折X線強度の比較において前記準安定相と前記安定相とが5:5~8:2の割合で存在するように、前記鍛造温度で6分以上20分以下の間、保持した状態で前記粉末成形体を鍛造する工程とを備えた、高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法。

【請求項2】 前記急凝固アルミニウム合金粉末を100μm以下の粒径で準備することを特徴とする、請求項1に記載の高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法。

【請求項3】 前記粉末成形体を前記鍛造温度に昇温する工程は、大気および不活性ガスのいずれかの雰囲気中で行なわれることを特徴とする、請求項1および2のいずれかに記載の高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法。

【請求項4】 前記粉末成形体を前記鍛造温度に昇温する工程は、前記粉末成形体を昇温速度50℃/分以上で昇温することを含む請求項1、2および3のいずれかに記載の高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法。

【請求項5】 前記鍛造温度は、450℃以上500℃以下であることを特徴する、請求項1、2、3および4のいずれかに記載の高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法に関し、特に急凝固アルミニウム合金粉末を熱間鍛造法により成形固化することで高耐熱強度アルミニウム合金を製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】従来のアルミニウム合金の製造方法として溶解鋳造法がある。この方法によれば、アルミニウム（Al）合金の耐熱性を向上させる元素（遷移金属系元素；鉄（Fe）、ニッケル（Ni）、クロム（Cr）など）は粗大な金属間化合物を形成するために高々1%程度しか添加できず耐熱性などの効果が限られていた。最も耐熱性があるとされているJIS規格合金は2618あるいはその改良合金であるが、かかる合金でも180℃以上の温度域では十分な強度を有していない。

【0003】一方、粉末冶金法は急凝固法を用いることで上記の遷移金属合金元素を多量に添加しても、微細でかつ均一な組織を有する分散強化合金粉末を得ることが可能である。特にこの場合、急凝固速度を大きくすることによって、より組織が微細になり、かつ優れた特性が得られることが知られている。しかしながら、急凝固アルミニウム粉末合金では、このようにして得られた粉末を一旦固化する必要があるが、粉末表面が硬質な酸化アルミニウム皮膜に覆われているため、この皮膜が粉末同士の結合を阻害する。したがって、粉末を加熱することで粉末が塑性変形できる程度にまで軟化させた後、塑性加工を与えて表面酸化皮膜を分断・破壊し、粉末同士を結合させて固化する必要がある。

【0004】固化方法には、熱間押出法と熱間鍛造法とがある。熱間押出法においては、加熱した粉末の押出加工時に、その粉末に十分な塑性変形を与えて酸化皮膜を分断・破壊し、強固な粉末同士の結合が得られるように十分に大きな押出比を設定する必要がある。このように大きな押出比を設定した場合、押出加工により得られる粉末成形体の寸法が大きくなる。このため、粉末成形後の予備加熱時において、その粉末成形体の内部まで均一に昇温するには予備加熱時間が長くなる。ところが、このように高温での予備加熱時間が長くなると、急凝固法によって得られた微細な組織が合金元素の拡散によって分解し、次第に粗大化して特性が劣化するという問題があり、必ずしも高耐熱強度の優れた材料が実現されていなかった。

【0005】一方、熱間鍛造法においては、大きな塑性流動を与えずに加圧・圧縮することにより粉末粒子が塑性変形して粉末同士が結合できるように、十分に高い温度にまで加熱する必要がある。この加熱温度が十分に高くない場合には、粉末粒子が十分に結合しないために粉末粒界で割れが生じ、十分に強固な固化ができない。このように熱間鍛造法においても十分に高い温度で加熱する必要があるため、急凝固法によって得られた微細組織が合金元素の拡散によって分解し、次第に粗大化して特性が劣化するという問題が生じる。

【0006】これに対して、アルミニウム粉末合金部材の製造方法の一例が、特開昭63-60265号公報に提案されている。上記公報に提案された方法では、まず粉末粒子表面に吸着している水分の除去を目的として、大気雰囲気中での粉末成形体の熱処理工程を導入している。しかしながら、除去された水分が再度アルミニウムと反応して粉末表面に強固な酸化アルミニウム皮膜を生成して粉末同士の結合を阻止することになる。また、粉末表面に存在する酸化皮膜を十分に破壊して粉末同士を結合させるため粉末成形体を加熱処理した後、予備的な熱間密閉型鍛造を経てから合計2回の熱間鍛造を実施している。このことから、上記公報に提案された製造方法においては、工程が繁雑となり経済的に問題がある。

【0007】本発明は、上記のような問題点を解決するためになされたもので、熱間鍛造法により急凝固アルミニウム合金粉末を成形固化する際、粉末の塑性変形を可能とし、粉末同士を強固に結合させ、かつ急凝固法によって得られた微細組織の分解・粗大化を防止できる高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段および作用】上記目的を達成するため、本発明の高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法は、以下の工程を備えている。

【0009】まず鉄を4重量%以上12重量%以下含有し、残部が不可避的不純物である急凝固アルミニウム合金粉末を準備する。そして急凝固アルミニウム合金粉末を常温以上300℃以下の温度で予備成形することにより粉末成形体を得る。そして粉末成形体を450℃以上540℃以下の鍛造温度に昇温する。そして金属間化合物として安定相であるAl₃Feと、準安定相であるAl₁₃Fe₄およびAl₆Feとが形成され、かつX線回折法における回折X線強度の比較において準安定相と安定相とが5:5~8:2の割合で存在するように、鍛造温度で6分以上20分以下の間、保持した状態で粉末成形体を鍛造する。

【0010】Al-Fe系を母合金とする合金の安定相、すなわち平衡相は状態図からも明らかなようにAl₃Feなる金属間化合物である。しかし、この合金を急凝固させて得られる準安定相は、急凝固速度が極めて大きい場合にはAl₆Fe、中間的な場合にはAl₁₃Fe₄となる。

【0011】本発明者らは、種々の実験・検討の結果、通常のアトマイズ法で得られる粉末ではAl₃Feが少なく、準安定相であるAl₆Fe、Al₁₃Fe₄の2相が大半を示すこと、そしてこの準安定相は加熱保持によって次第に安定相のAl₃Feに変化することを確認した。

【0012】そしてさらに、本発明者らは、急凝固法で得られた合金粉末中の準安定相が高温下での加熱保持における熱履歴（温度、時間、昇温速度）によって次第に安定相に変化するため、その熱履歴を最適化することで著しく強度、靱性ならびに熱安定性に優れた高耐熱強度アルミニウム合金を効率よく製造できることを見出した。

【0013】以下、本発明の高耐熱強度アルミニウム合金の製造方法において、熱履歴を規定する各条件について説明する。

【0014】粉末を、たとえば型押しで予備成形する際の温度は、通常、常温である。しかし、急凝固アルミニウム合金粉末は硬質であるため、成形性が良好でない場合や低加圧力で成形しなければならない場合などにおいては、300℃まで昇温して粉末を軟化させた後、型

押し成形が行なわれる。ただし、300℃を越えると粉末表面が酸化するため、後工程の熱間鍛造性を低下させることから型押し成形の温度は300℃以下に設定する必要がある。

【0015】粉末成形体を鍛造温度で所定時間保持する予備加熱において、鍛造温度は合金粉末中の析出相の形態を支配することから粉末を固化する際における最重要因子である。つまり、鍛造温度が450℃以上540℃以下である場合、優れた強度・靱性および耐熱性を確保することができる。

【0016】鍛造温度が540℃を越えると、優れた性質を有する準安定相が分解し、次第に粗大化するために強度・靱性さらには耐熱性が低下する。

【0017】一方、鍛造温度が450℃よりも低い場合、粉末が焼鈍されずに硬質であるために、鍛造時の加圧により粉末表面の酸化皮膜が十分に分断・破壊されない。このため、粉末同士の結合が不十分となる。その結果、旧粉末粒界を起点に破壊が進行しやすくなるため、靱性（伸び）が低下するといった問題が生じる。

【0018】予備加熱の加熱時間に関しては、6分未満の場合、粉末が十分に焼鈍されずに硬質であるために鍛造工程での加圧により粉末表面を覆う酸化皮膜の残存により粉末同士の結合が不十分となる。その結果、合金の靱性（伸び）が低下する。一方、加熱時間が20分を越える場合、優れた性質を有する急凝固組織が分解・粗大化するために強度・靱性、耐熱性が低下するといった問題が生じる。したがって、高耐熱強度アルミニウム合金を得るための予備加熱の適正な加熱時間は6分以上20分以下である。

【0019】急凝固法により得られるAl-Fe系合金粉末中に存在する金属間化合物では、準安定相（Al₁₃Fe₄、Al₆Fe）が大半を占めるが、上述したようにこの準安定相は加熱により次第に安定相（Al₃Fe）へと変化する。そこで、本発明では、上記の熱履歴だけではなく、準安定相、安定相（平衡相）とがマトリックス中に均一に分散し、かつそれらのX線回折法による回折X線強度比率が5:5~8:2の割合で存在することで合金の耐熱性が向上することを見出した。

【0020】上記の回折X線強度比率を実現する具体的な鉄の添加量としては、4重量%以上12重量%以下である。4重量%未満であれば、準安定相が上記の比率で存在しないために、耐熱性などの効果は不十分となる。また、12重量%を越える場合では、粗大なAl-Fe系金属間化合物を形成するために強度・靱性または耐熱性が低下する。

【0021】上記のようにAl-Fe系急凝固粉末を熱間鍛造法により成形固化する際、その固化工程における加熱履歴（温度・時間・昇温速度）を最適化するとともに準安定相と安定相との回折X線強度比率を5:5~8:2とすることによって、従来の熱間粉末押出法や2

回熱間鍛造法では得るこのできない優れた高耐熱強度アルミニウム合金を効率よく製造できる。また、従来の耐熱強度アルミニウム合金と違い、耐熱強度を向上させるための種々の高融点金属元素を添加する必要がないため、粉末自身のコストが安価となり、本発明の製法に基づいて成形固化することにより経済的に成形することができる。その結果、軽量化および耐熱性が要求される自動車用部品、たとえばコネクティングロッドやバルブガイド、バルブリフターなどに適用することができる。

【0022】本発明の好ましい第1の局面によれば、急冷凝固アルミニウム合金粉末は100 μ m以下の粒径で準備される。

【0023】たとえばアトマイズ法で得られる急冷凝固アルミニウム合金粉末の粒径が100 μ mを越える場合、凝固時の冷却速度（急冷凝固速度）が小さくなる。このため、上記の安定相と準安定相の量比が5：5～8：2を満足するような準安定相が生成せず、その結果、このような粉末を固化して得られた合金の耐熱性は著しく低下するといった問題が生じる。

【0024】本発明の好ましい第2の局面によれば、粉末成形体を鍛造温度に昇温する工程は、大気および不活性ガスのいずれかの雰囲気中に行なわれる。粉末成形体を、たとえば誘導加熱する際、大気および不活性ガスのいずれの雰囲気中で加熱処理を行なっても合金の上記特性は確保できる。

【0025】本発明の好ましい第4の局面によれば、粉末成形体を鍛造温度に昇温する工程は、昇温速度が50 $^{\circ}$ C/分以上である。たとえば急速誘導加熱における昇温速度が50 $^{\circ}$ C/分よりも小さい場合、鍛造温度に昇温するまでの加熱時間が長くなる。このため、急冷凝固により得られた準安定相の微細組織が粗大化し、その結果、上記の回折X線強度比率を満足しなくなるため特性が低

下する。したがって、昇温速度は50 $^{\circ}$ C/分以上であることが必要である。

【0026】本発明の好ましい第5の局面によれば、鍛造温度は450 $^{\circ}$ C以上500 $^{\circ}$ C以下である。合金の耐熱性が優先的に要求されるような場合、上記の準安定相をできる限り多く残存させ、かつある程度の靱性（伸び）を持たせることが有効である。そのためには、粉末成形体の鍛造温度は450 $^{\circ}$ C以上500 $^{\circ}$ C以下が好ましい。

【0027】以上述べたように本発明の製造方法によれば、室温で引張り強度が35kgf/mm²以上かつ伸びが5～10%、また高温の200 $^{\circ}$ Cでの引張り強度が30kgf/mm²以上という従来にない格段に優れた高耐熱強度アルミニウム合金が容易かつ安価に製造できる。

【0028】

【実施例】表1に示す組成・粒度を有する急冷凝固アルミニウム合金粉末を表2に示す種々の条件に基づき、熱間鍛造法により10 \times 55 \times 10mm形状に固化した場合の特性（強度・靱性、高温強度および析出相の比率）を同表2に示す。

【0029】

【表1】

番号	Fe wt %	粒径 μ m
①	8	66
②	4	66
③	12	66
④	15	66
⑤	2	66
⑥	8	200

【0030】

【表2】

番 号	粉 末	成形時 の温度 ℃	粉末成形体の予備加熱条件				強 度 Kgf/mm ²	伸 び %	200℃ での強度 Kgf/mm ²	準安定相 : 安定相 の比率
			温 度 ℃	時 間 分	昇温速度 ℃/分	加 熱 雰囲気				
1	①	常温	450	10	70	大気	42.2	6.1	36.1	8:2
2	①	常温	480	10	100	窒素	41.9	7.1	35.4	7.5:2.5
3	①	常温	480	15	100	窒素	41.5	6.8	35.1	7.5:2.5
4	①	常温	510	6	70	大気	40.8	9.2	33.8	7:3
5	①	常温	540	6	100	窒素	39.7	9.6	33.7	6:4
6	①	200	475	10	100	大気	41.4	8.6	36.3	8:2
7	①	300	475	10	100	大気	41.7	6.3	35.6	8:2
8	②	常温	475	6	100	大気	36.4	23.7	30.4	5.5:4.5
9	③	常温	475	6	100	大気	43.6	5.3	37.9	8:2
10	①	常温	530	6	70	大気	39.8	9.4	33.0	6.5:3.5
11	④	常温	475	6	100	大気	44.1	1.1	37.3	8.5:1.5
12	⑤	常温	475	6	100	大気	30.4	26.3	17.6	3:7
13	⑥	常温	475	6	100	大気	38.4	6.8	22.3	4:6
14	①	常温	425	10	100	大気	39.8	3.1	34.2	8:2
15	①	常温	580	6	100	大気	36.5	11.6	21.0	4:6
16	①	常温	480	2	100	大気	39.1	1.7	34.6	7.5:2.5
17	①	常温	480	30	100	大気	39.0	7.7	22.5	7:3
18	①	常温	475	10	20	大気	36.4	12.9	20.2	4.5:5.5
19	①	400	475	6	100	大気	35.4	1.6	22.3	8:2

【0031】なお、型押し成形および鍛造時の加圧力は 6 t/cm^2 であり、また合金の200℃での強度は、試料を200℃にて100時間加熱保持後、引張り試験を行なったときのデータである。合金中の準安定相と安定相との比率はX線回折法により得られたその回折強度の相対比である。

【0032】表2に示す番号1～10は、本発明例であり、本発明の製造方法により得られる合金は、強度・靱性および高温強度に優れており、また合金中の準安定相と安定相との比率は目標とする範囲内にある。

【0033】一方、表2に示す番号11～19は比較例であり、番号11の試料では、鉄含有量が12重量%を越えるためその金属間化合物が粗大化して靱性が低下する。

【0034】番号12の試料では、合金の耐熱性を向上させる鉄の含有量が4重量%未満のため高温での強度が低下する。

【0035】番号13の試料では、粉末粒径が $100 \mu\text{m}$ よりも大きいいため十分な急冷凝固組織が得られず、耐熱性が低下する。

【0036】番号14の試料では、加熱温度が450℃よりも低いため粉末同士の結合が不十分となり、靱性が低下する。

【0037】番号15の試料では、加熱温度が540℃よりも高いため準安定相が分解・粗大化して耐熱性が低下する。

【0038】番号16の試料では、加熱温度が6分未満であるため粉末同士の結合が不十分となり、靱性が低下する。

【0039】番号17の試料では、加熱時間が20分を越えるため準安定相が分解・粗大化して耐熱性が低下する。

【0040】番号18の試料では、加熱時の昇温速度が50℃/分よりも小さいために長時間の加熱処理が必要となり、準安定相の分解・粗大化により耐熱性が低下する。

【0041】番号19の試料では、型押し成形時の温度が300℃を越えるため粉末表面の酸化が進行して強固

な粉末同士の結合が得られず、その結果靱性が低下する。

【0042】

【発明の効果】Al-Fe系急冷凝固粉末を熱間鍛造法により成形固化する際、その固化工程における加熱履歴（温度・時間・昇温速度）を最適化するとともに準安定相と安定相との回折X線強度比率を5：5～8：2とすることによって、従来の熱間粉末押出法や2回熱間鍛造法では得ることのできない優れた高耐熱強度アルミニウム合金を効率よく製造できる。また、従来の高耐熱強度アルミニウム合金と違い、耐熱強度を向上させるための種々の高融点金属元素を添加する必要がないため、粉末自身のコストが安価となり、本発明の製法に基づいて成形固化することにより経済的に製造することができる。その結果、軽量化および耐熱性が要求される自動車用部品、たとえばコネクティングロッドやバルブガイド、バルブリフターなどに適用することができる。